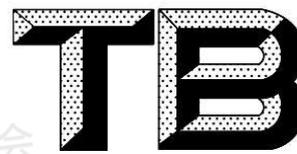


ICS 01.040.67

CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 111.43—2024

保健食品用原料 平贝母

Raw Materials for Health Food
Fritillariae Ussuriensis Bulbus

2024-07-31 发布

2024-08-01 实施

中国营养保健食品协会

发布

目 次

前 言.....	2
1 范围.....	3
2 规范性引用文件.....	3
3 技术要求.....	3
4 其他.....	6
附录 A.....	7
附录 B.....	9

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国营养保健食品协会提出并归口。

本文件起草单位：深圳市药品检验研究院、北京中医药大学、中国中药协会中药质量与安全专业委员会、中国食品药品检定研究院中药民族药检定所、中国营养保健食品协会保健食品研发专业委员会。

本文件主要起草人：关潇滢、谢耀轩、王淑红、曾利娜、李君瑶、王冰、刘越、马双成、魏锋、康帅、聂黎行、王莹、程显隆、汪祺、刘静、杨洋、左甜甜、杨建波、陈佳、王亚丹、荆文光、康荣、石佳、邓少伟。

本文件为首次发布。

保健食品用原料 平贝母

1 范围

本文件适用于保健食品用原料平贝母。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。下列文件中所包含的部分条款通过相关标准的引用而成为本标准的部分内容。凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改版本）适用于本文件。

GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB 5009.17 食品安全国家标准 食品中总汞及有机汞的测定

GB 16740 食品安全国家标准 保健食品

《中华人民共和国药典》一部

《中华人民共和国药典》四部

3 技术要求

3.1 来源

平贝母为百合科植物平贝母 *Fritillaria ussuriensis* Maxim. 的干燥鳞茎。春季采挖，除去外皮、须根及泥沙，晒干或低温干燥。

3.2 感官要求

应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	表面黄白色至浅棕色	在日光下观察颜色；如断面不易观察，可削平后观察
滋味、 气味	气微，味苦	滋味可取少量直接口尝，或加热水浸泡后尝浸出液；气味可直接嗅闻，或在折断、破碎或搓揉时进行
形态	本品呈扁球形，高 0.5~1 cm，直径 0.6~2 cm。外层鳞叶 2 瓣，肥厚，大小相近或一片稍大抱合，顶端略平或微凹入，常稍开裂；中央鳞片小。质坚实而脆，断面面粉性	在日光下观察；长度、宽度及厚度测量时应用毫米刻度尺；质地是指用手折断时的感官感觉

3.3 薄层鉴别

应符合表 2 的规定。

表 2 薄层鉴别

项目	要求	检验方法
薄层 鉴别	供试品色谱中，在与平贝母对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点	附录 A

3.4 理化指标

应符合表 3 的规定。

表 3 理化指标

项目	指标	检验方法

水分, %	≤	15.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 0832 第二法
灰分, %	≤	4.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2302 方法
浸出物(乙醇), %	≥	8.0	《中华人民共和国药典》2020年版四部 通则 2201 热浸法(用50%乙醇作溶剂)
铅(以Pb计), mg/kg	≤	5.0	GB 5009.12
总砷(以As计), mg/kg	≤	1.0	GB 5009.11
总汞(以Hg计), mg/kg	≤	0.3	GB 5009.17
阿维菌素, mg/kg	≤	0.2	GB 2763 规定的方法
吡虫啉, mg/kg	≤	0.2	
注: 其他未列污染物限量应符合 GB 2762 相应食品类别(名称)的规定或国家有关规定; 其他未列农药最大残留限量应符合 GB 2763 相应食品类别/名称的规定或国家的有关规定。			

3.5 标志性成分指标

应符合表4的规定。

表4 标志性成分指标

项目	指标	检验方法	
总生物碱 ^a (以贝母素乙计), %	≥	0.050	附录 B
^a 以干燥品计			

3.5 真菌毒素限量

真菌毒素限量应符合 GB 2761 中相应食品类别(名称)的规定或有关规定。

4 其他

4.1 保健食品所用原料为本品的炮制加工品，其炮制加工前的原料应符合本标准。炮制方法为净制、切制的，除另有规定外，炮制加工品应符合本标准。炮制方法为其他炮制工艺的，炮制加工品应符合相应标准的规定。

4.2 本品不宜与川乌、制川乌、草乌、制草乌、附子同用。

附录 A

(规范性附录)

薄层鉴别检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 方法提要

本品经浓氨试液和三氯甲烷超声提取后，采用薄层色谱法，以平贝母对照药材为对照对样品进行鉴别分析。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平：感量 0.0001 g。

A.3.2 超声波清洗仪。

A.4 试剂和耗材

A.4.1 浓氨试液。

A.4.2 三氯甲烷。

A.4.3 甲醇。

A.4.4 乙酸乙酯。

A.4.5 水。

A.4.6 稀碘化铋钾试液：准确称取次硝酸铋/碱式硝酸铋 0.85 g，加冰醋酸 10 mL 与水 40 mL 溶解后，摇匀，即得。临用前取 5 mL，加碘化钾溶液（4→10）5 mL，再加冰醋酸 20 mL，用水稀释至 100 mL，摇匀，即得。

A.4.7 亚硝酸钠乙醇试液：准确称取亚硝酸钠 5 g，加 60%乙醇使溶解成 1000 mL，摇匀，即得。

A.4.8 乙醇。

A.4.9 硅胶 G 薄层板。

A.4.10 对照药材

平贝母对照药材。

A.5 色谱条件

薄层板：硅胶 G；

点样量：供试品溶液 3~5 μL ，对照药材溶液 3 μL ；

展开剂：乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液-水（10：1：0.5：0.05）；

显色剂：依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液；

观测条件：日光下观测。

A.6 操作方法

A.6.1 对照药材溶液的制备：

取平贝母对照药材粉末 10 g，加浓氨试液 10 mL、三氯甲烷 30 mL，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 0.5 mL 使溶解，作为对照药材溶液，备用。

A.6.2 供试品溶液的制备：

取供试品粉碎，取粉末 10 g，加浓氨试液 10 mL、三氯甲烷 30 mL，超声处理 30 分钟，滤过，滤液蒸干，残渣加甲醇 0.5 mL 使溶解，作为供试品溶液，待测。

A.6.3 鉴别分析方法

照薄层色谱法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0502）试验，吸取供试品溶液 3~5 μL 、对照药材溶液 3 μL ，分别点于同一硅胶 G 薄层板上，以乙酸乙酯-甲醇-浓氨试液-水（10：1：0.5：0.05）为展开剂，展开，取出，晾干，依次喷以稀碘化铋钾试液和亚硝酸钠乙醇试液，置日光下检视。

A.7 结果判别

供试品色谱中，在与平贝母对照药材色谱相应的位置上，显相同颜色的斑点。

附录 B

(规范性附录)

标志性成分总生物碱检验方法

B.1 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。实验中所用的溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

B.2 方法提要

本品所含生物碱与邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液和溴百里香酚蓝试液反应生成有色化合物,用紫外分光光度法于适当波长处对其吸光度值进行测定,以贝母素乙为对照品,采用标准曲线法计算平贝母总生物碱的含量。

平贝母总生物碱含量以贝母素乙 ($C_{27}H_{43}NO_3$) 含量计。

B.3 仪器

B.3.1 分析天平:感量为 0.01 mg 和 0.0001 g。

B.3.2 恒温水浴锅。

B.3.3 分光光度计,用 10 mm 比色杯,在 412 nm 下测吸光度。

B.4 试剂和耗材

B.4.1 三氯甲烷。

B.4.2 甲醇。

B.4.3 浓氨试液。

B.4.4 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液:取 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾溶液 100 mL,用 0.2 mol/L 氢氧化钠溶液约 50 mL 调节 pH 值为 5.0,即得。

B.4.5 0.03% 溴百里香酚蓝试液:取溴百里香酚蓝 0.03 g,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液 0.5 mL 使溶解,加水稀释至 100 mL,即得。

B.4.6 对照品

贝母素乙对照品英文名称、CAS 号、分子式和相对分子量见表 B.1。

表 G.1 化学对照品（标准品）信息

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子量
贝母素乙	Peiminine	18059-10-4	C ₂₇ H ₄₃ NO ₃	429.64

B.5 操作方法

B.5.1 对照品溶液的制备

取贝母素乙对照品适量，精密称定，加三氯甲烷制成每 1 mL 含 0.1 mg 的溶液，摇匀，备用。

B.5.2 标准曲线的制备

精密量取对照品溶液 0.5 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL，分别置 25 mL 量瓶中，各精密加入 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲溶液（B.4.4）5 mL，再精密加 0.03% 溴百里香酚蓝试液（B.4.5）2 mL，加三氯甲烷至刻度，剧烈振摇，转移至分液漏斗中，放置 45 分钟。取三氯甲烷液，用干燥滤纸滤过，取续滤液，以相应的试剂为空白，照紫外-可见分光光度法（《中华人民共和国药典》2020 年版四部 通则 0401）在 412 nm 的波长处测定吸光度，以吸光度为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线。

B.5.3 供试品溶液的制备

取供试品粉碎，取粉末约 2 g，精密称定，置具塞锥形瓶中，加浓氨试液 3 mL，浸润 1 小时，加三氯甲烷-甲醇（4：1）混合溶液 40 mL，置 80 °C 水浴加热回流 2 小时，放冷，滤过，用适量三氯甲烷-甲醇（4：1）混合溶液洗涤药渣 2~3 次，洗液与滤液合并，蒸干，残渣加三氯甲烷使溶解，转移至 25 mL 量瓶中，加三氯甲烷至刻度，摇匀，备用。

B.5.4 供试品溶液的测定

精密量取 2 mL，置 25 mL 量瓶中，照标准曲线制备项下的方法，自“各精密加入 0.2 mol/L 邻苯二甲酸氢钾缓冲液 5 mL”起，依法测定吸光度，从标准曲线上读出供试品溶液中贝母素乙的重量（mg），计算，即得。

B.6 测定结果的计算

B.6.1 计算公式

平贝母中总生物碱含量以质量分数计，数值以%表示，按公式（B.1）计算：

$$W = \frac{m_1 \times V_1}{m_2 \times V_2 \times 10^3} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

W ：供试品中总生物碱（以贝母素乙计）的质量分数，%；

m_1 ：从标准曲线上读出供试品溶液中贝母素乙的量（mg）；

V_1 ：供试品溶液的稀释体积（mL）；

m_2 ：供试品的称样量（g）；

V_2 ：比色测定时所移取供试品测定溶液的体积（mL）。

B.6.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定，以算数平均值为测定结果，小数点后保留3位。在重复条件下两次独立测定的结果绝对差值不得超过算数平均值的10%。